

10/732 948 (2)

DERWENT-ACC- 1979-37933B

NO:

DERWENT- 197920

WEEK:

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Di:methyl sulphone prodn. - by dissolving DMSO in aq.
hydrogen peroxide at elevated temp.

PATENT-ASSIGNEE: KIRESUTO GIKEN KK[KIREN]

PRIORITY-DATA: 1977JP-0110209 (September 12, 1977)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 54044611	A April 9, 1979	N/A	000	N/A

INT-CL (IPC): C07C147/02

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 54044611A

BASIC-ABSTRACT:

Method comprises dissolving DMSO in aq. soln. of hydrogen peroxide, so that DMSO is oxidised. The concn. of H2O2 is pref. not 10%, and oxidn. is pref. at 80-90 degrees C.

DMSO is obtd. in high yield in a short time. No special recrystallisation process is required. The reaction soln. does not contain any impurities, and just by cooling the reaction soln., dimethyl sulphone precipitates as crystals.

TITLE-TERMS: DI METHYL SULPHONE PRODUCE DISSOLVE DMSO AQUEOUS
HYDROGEN PEROXIDE ELEVATE TEMPERATURE

ADDL-INDEXING- SULPHOXIDE
TERMS:

DERWENT-CLASS: E17

CPI-CODES: E10-A10;

⑬日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54-44611

⑤Int. Cl.²
C 07 C 147/02

識別記号 ⑤日本分類
16 B 7

庁内整理番号 ④公開 昭和54年(1979)4月9日
6742-4H

発明の数 1
審査請求 有

(全 2 頁)

⑭ジメチルスルホンの製造法

四日市市笹川 8-65-1

①特 願 昭52-110209

⑦発 明 者 南部忠彦

四日市市笹川 8-65-1

②出 願 昭52(1977)9月12日

⑧出 願 人 株式会社キレスト技研

③発 明 者 森本昭敏

豊中市新千里北町 3 丁目 7 の 13

四日市市日永東 3-3-3

⑨代 理 人 弁理士 山田与一

同

南部信義

明 細 書

1. 発明の名称

ジメチルスルホンの製造法

2. 特許請求の範囲

(1) ジメチルスルホキシサイドを過酸化水素水に溶解し、これを酸化せしめてジメチルスルホンを得ることを特徴とするジメチルスルホンの製造法

(2) 10%以上の濃度を有する過酸化水素水を使用することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のジメチルスルホンの製造法

(3) 約80~90℃に加熱して酸化反応せしめることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のジメチルスルホンの製造法

3. 発明の詳細な説明

本発明はジメチルスルホンをジメチルスルホキシサイドから工業的に有利に製造する方法を提供しようとするものである。

従来、ジメチルスルホンの製造法はバイルシュタイン(Beilstein)にその記載がなく

、僅かに生成法のみがその第1巻289にジメチルスルファイドの封管中での硝酸タ化、メチルスルホン酢酸の加熱、スルホンジ酢酸の加熱によるジメチルスルホンの生成、およびバイルシュタインBeilstein 1217にジメチルスルファイドのクロロホルム中でのオゾン酸化と水酢酸中での30%過酸化水素水による酸化と6%過マンガン酸カリ水溶液による酸化によるジメチルスルホンの生成が記載されているのみで、ジメチルスルホキシサイドからジメチルスルホンを製造する方法は記載されていない。アレバラティブ・オルガニク・フオトケミストリー、1968年第444頁にはジメチルスルホキシサイドに、ローズベンガルを溶解し、水銀灯を照射しながら13, 8時間酸素を吸収せしめ、後未反応のジメチルスルホキシサイドを真空蒸留し、残渣をアセトン-石油エーテルから再結晶してジメチルスルホンを得る方法が示されている。しかし、この方法は特殊な装置を用い長時間の反応時間を要し、不経済である許りでなく、

その収率は僅かに20.9%であり、工業的な方法とはいえない。

本発明者は、ジメチルスルホンを容易に、かつ、収率よく製造する方法について研究した結果、ジメチルスルホンを製造する原料として最近入手が比較的容易になった高純度のジメチルスルホキシaidを原料とし、高濃度の過酸化水素水を比較的高温度で使用するごとにより、高純度のジメチルスルホンを高収率で製造する方法を開発し、本発明を完成した。即ち本発明はジメチルスルホキシaidを過酸化水素水に溶解し、これを酸化せしめてジメチルスルホンを得ることを特徴とするジメチルスルホンの製造法を要旨とするものである。

本発明の方法は過酸化水素水を用いてジメチルスルホキシaidを酸化せしめるが、過酸化水素水の濃度は比較的濃厚な方が酸化反応が進行し易く、また反応終了後の反応液の処理も容易であるので好適である。一般に10%以上の濃度を有する過酸化水素水を用いるのが有利である。

要としない高純度のジメチルスルホンを得ることができ、ジメチルスルホンを工業的に製造する方法として極めて有用である。

以下、本発明の実施例を示す。

実施例 1

ジメチルスルホキシaid 15.7g(0.2モル)を、35%^酸過酸化水素水 24.3g(0.25モル)に水を加えて17.5%の過酸化水素水とした水溶液に加えて溶解し、これを徐々に加熱して85~95°Cで1時間半保持する。ついで、全量が32gになるまで濃縮した後、室温で1昼夜放置して結晶を析出せしめ、この結晶を濾取し、乾燥する。融点106°Cのジメチルスルホン11.3gが得られる。更に前記の母液を濃縮し放置してジメチルスルホンの結晶1.9gを得た。合計収率70.2%。

実施例 2

ジメチルスルホキシaid 15.7g(0.2モル)に、25%過酸化水素水(0.25モル)を

また、本発明の酸化反応は常温でも進行するが、反応を促進せしめるために過酸化水素水の沸点以下、即ち約80~95°Cに加熱して反応せしめるのが好ましい。このように加熱反応せしめることによつて、1~2時間で反応は終了し、約70%以上の収率でジメチルスルホンが得られる。

本発明の方法によれば、酸化剤として過酸化水素水のみを使用し、その他の添加剤を全く使用しないので、過剰の過酸化水素は反応終了後水と酸素に分解して反応液は不純物を含有せず。冷却によつてジメチルスルホンが結晶して沈殿し、従つて更結晶の必要がなく、極めて^高純度のジメチルスルホンが得られる。ジメチルスルホンを分離した母液は、これを濃縮して結晶を析出せしめることによつて、更にジメチルスルホンが回収される。

本発明の方法は、上記の如く極めて簡単な操作で、短時間の反応によつて高収率で目的とするジメチルスルホンを得ることができ、しかも反応液を放冷して結晶を析出せしめるのみで再結晶を必

加え、実施例1と同様に操作し、最初にジメチルスルホンの結晶11.0g、母液から2.3gを得た。合計収率70.7%。

実施例 3

ジメチルスルホキシaid 15.7g(0.2モル)に、30%過酸化水素水(0.25モル)を加え、実施例1と同様に操作し、最初にジメチルスルホンの結晶12.0g、母液から1.4gを得た。合計収率71.5%。

実施例 4

ジメチルスルホキシaid 15.7g(0.2モル)に、35%過酸化水素水(0.25モル)を加え、実施例1と同様に操作し、最初にジメチルスルホンの結晶11.8g、母液から1.6gを得た。合計収率71.3%。

出願人 株式会社キレスト技研

代理人 弁理士 山田 与一 ^印田山